

Penentuan kadar karbon dalam logam dengan Metode netralisasi titrimetri

Latar belakang

Kandungan karbon di dalam logam sangat menentukan sifat mekanik logam tersebut.

Untuk itu, penentuan kadar karbon di dalam logam perlu distandarkan.

Daftar isi

	Halaman
1. Ruang lingkup	1 dari 8
2. Acuan	1 dari 8
3. Prinsip	1 dari 8
4. Peralatan dan bahan	1 dari 8
5. Metode	1 dari 8
5.1 Peralatan	1 dari 8
5.2 Pereaksi	4 dari 8
5.3 Persiapan	5 dari 8
5.4 Cara uji	5 dari 8
5.5 Uji blangko	7 dari 8
5.6 Penghitungan	7 dari 8
5.7 Pelaporan	7 dari 8

Penentuan kadar karbon dalam logam dengan metode netralisasi titrimetri

1. Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, prinsip, peralatan dan bahan, serta metode penentuan kadar karbon dalam logam dengan metode netralisasi titrimetri.

2. Acuan

Standar ini mengacu kepada JIS Z 2615-1996, *General Rules for Determination of Carbon in Metallic Materials* dan SNI/SPU No. 34 1997, Penentuan kadar karbon dalam logam dengan gravimetri.

3. Prinsip

Karbon di dalam contoh logam dioksidasi menjadi karbon dioksida dengan memanaskan contoh di dalam aliran oksigen, gas karbondioksida yang terbentuk diserap oleh sejumlah tertentu larutan standar natrium hidroksida. Kelebihan alkali dititrasi dengan larutan standar asam sulfat.

4. Peralatan dan bahan

Peralatan dan bahan yang biasa digunakan pada penentuan karbon dalam logam dapat dilihat pada SNI/SPU No. 34 1997, Penentuan kadar karbon dalam logam dengan gravimetri.

5. Metode

5.1 Peralatan

Seperti telah terlihat pada Gambar 1, peralatan penentuan karbon dioksida di dalam logam dapat diperinci sebagai berikut :

1) Bagian pemurnian oksigen yang terdiri dari

- tabung oksidasi berisi butiran tembaga oksida.
- tabung elektrik ukuran kecil untuk memanaskan tabung oksidasi

Bagian ini tidak dilengkapi dengan tabung dehidrasi.

2) Bagian pembakaran contoh

Pembakaran contoh menggunakan tungku pemanas elektrik. Pada *outlet* dari tabung pembakaran diisi dengan asbes platina atau asbes besi oksida. Tabung pemasukkan contoh dipasang pada *inlet* dari tabung pembakaran, dan di dalamnya dilengkapi dengan balok kuarsa yang dipasang pada batang besi.

3) Bagian pemurnian gas hasil pembakaran

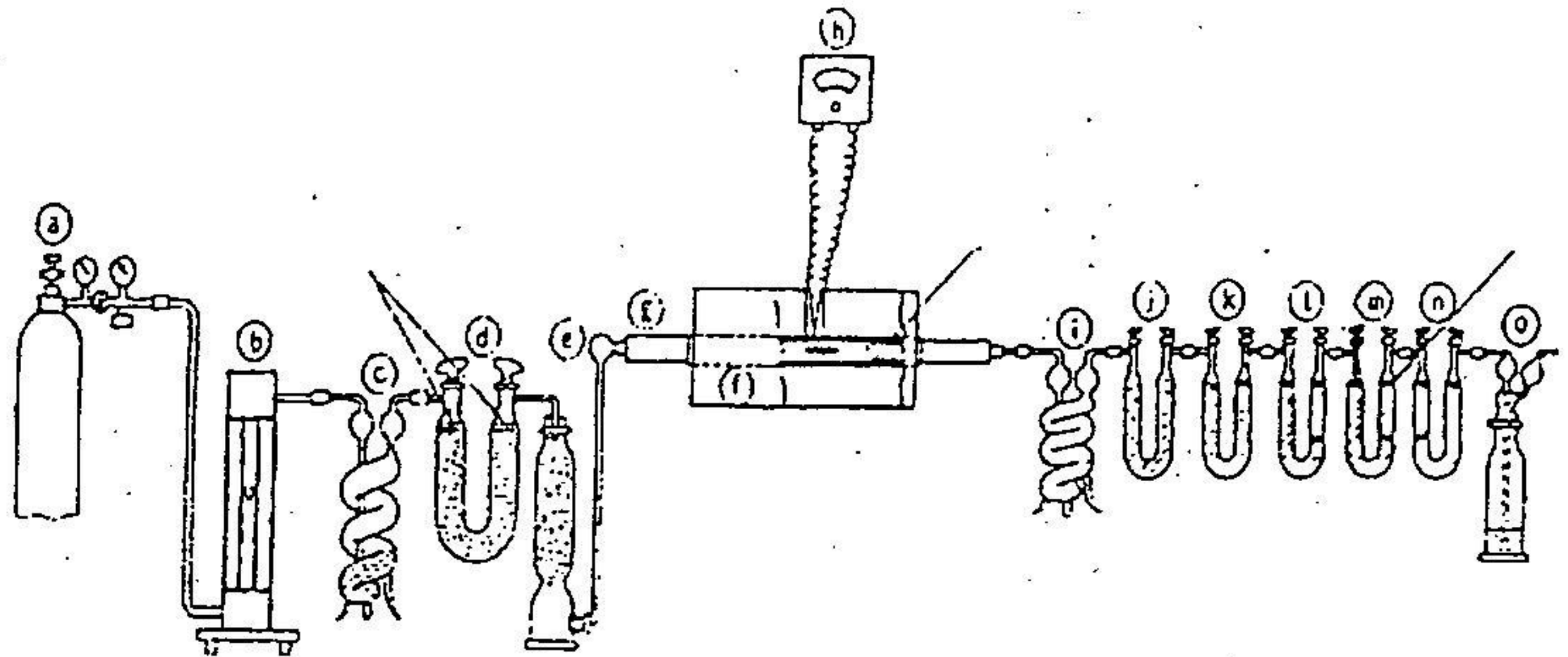
Bagian ini terdiri dari tabung desulfurisasi yang diisi dengan larutan kalium permanganat asam sulfat (¹)

4) Bagian penentuan karbon dioksida yang terdiri dari

- buret penangkap gas dan *levelling bulb* yang berisi larutan natrium klorida (26% berat/vol) dalam suasana agak asam (dengan asam sulfat, sampai warna metil merah mulai berubah menjadi merah).
- tabung absorpsi karbon dioksida berisi jumlah tertentu larutan natrium hidroksida 0.01 N (lihat gambar 2).
- *inspection trap* berisi 5 ml larutan barium hidroksida jenuh (kira-kira 4% berat/vol).
- keran tiga arah (*three way cock*) pada bagian dasar untuk mengeluarkan larutan hasil absorpsi keran ini ditutup pada saat proses absorpsi berlangsung.

Keterangan :

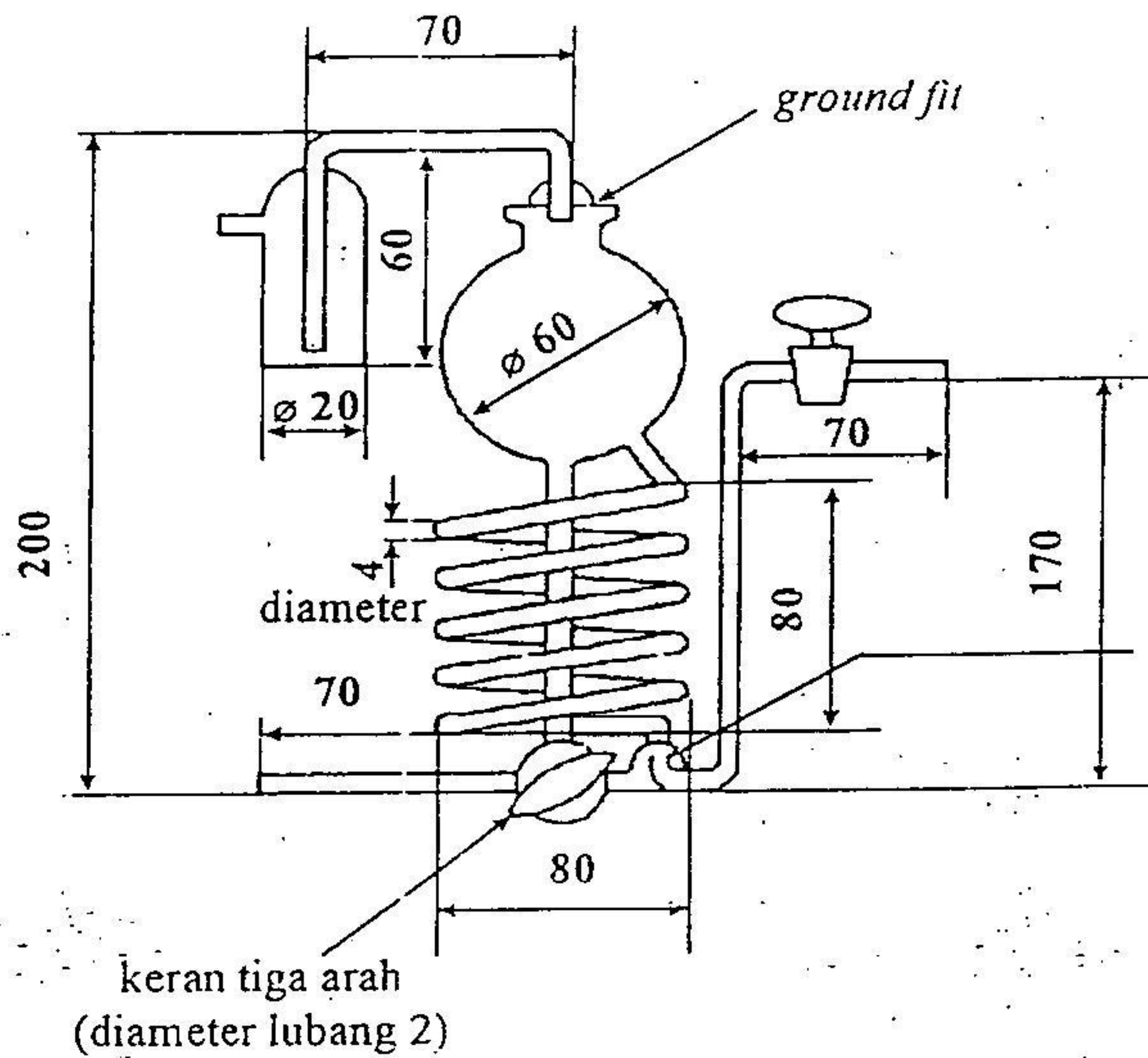
Gas hasil pembakaran dapat dilihat melalui tabung absorpsi yang berbentuk koil berbentuk gelembung-gelembung kecil.



Gambar 1. Gambar contoh peralatan pada penentuan kadar karbon dalam logam dengan metode netralisasi titrimetri.

Keterangan gambar :

- (a) Tabung oksigen dengan pengatur tekanan
- (b) Tabung oksidasi (tembaga oksida)
- (c) Kolom absorpsi karbon dioksida
- (d) *Tubulator electric furnace*
- (e) Tabung pembakar porselin untuk analisis kimia
- (f) Termometer termoelektrik
- (g) Tabung pemasukkan contoh
- (h) Tabung desulfurisasi (larutan kalium permanganat karbon dioksida)
- (i) Tabung absorpsi karbon dioksida
- (j) *Inspection trap*
- (k) Keran tiga arah
- (l) Keran dua arah
- (m) Keran tiga arah
- (n) Buret penangkap gas
- (o) *Levelling bulb*
- (p) *Flow meter*



Gambar 2. Contoh tabung absorpsi karbon dioksida.

5.2 Pereaksi

Pereaksi yang digunakan dalam metode ini adalah sebagai berikut :

1) Larutan natrium hidroksida 0.01 N

- Larutkan 0,4 g natrium hidroksida dengan air yang sudah dihilangkan karbon dioksidanya (dengan mengalirkan oksigen ke dalam 1 l air, pasang tabung pengaman berisi *soda lime* atau natrium hidroksida dan gunakan buret otomatis untuk mengambilnya).

Larutan ini tidak perlu distandarkan.

2) Larutan asam sulfat 0.01 N

- Siapkan larutan asam sulfat 0.01 N, kemudian standarkan (²)
- Encerkan larutan di atas 10 kali untuk mendapatkan larutan standar asam sulfat 0.01 N.

3) Larutan fenolftalin

Larutkan 0,5 g fenolftalin dengan 10 ml etil alkohol (9,5% berat/vol).

5.3 Persiapan

Sebelum proses penentuan, dilakukan persiapan sebagai berikut :

- Hubungkan peralatan-peralatan pada 6.1, karena tabung karet dapat menyerap karbon dioksida, hubungkan kedua ujung dengan menggunakan tabung gelas, kemudian disangga dengan tabung karet atau tabung dari vinil.
- Panaskan tabung oksidasi sampai suhu tertentu, pastikan peralatan sudah dalam keadaan kedap udara (³).
- Buka keran tiga arah (m) ke arah buret penangkap gas (n) dan ke arah tabung absorpsi karbon dioksida (i).
- Buka keran (l) dan buang gas dalam buret dengan penempatan *levelling bulb* (o) pada posisi lebih tinggi dari bagian *bulb* buret (n).
- Buka keran tiga arah (m) ke arah tungku dan ke arah tabung absorpsi karbon dioksida, kemudian buka keran tiga arah (q) ke arah tungku, lalu alirkan oksigen pada kecepatan alir 100 ml permenit.

5.4 Cara uji

Penentuan karbon dioksida dilakukan sesuai prosedur berikut :

- 1) Lepaskan tabung pemasukkan contoh dari tabung pembakaran, letakkan *boat* berisi contoh berikut katalis pembakaran pada *inlet* tabung pembakaran, kemudian hubungkan tabung pemasukkan contoh kembali dengan sempurna, sehingga kedap udara alirkan oksigen pada kecepatan 200 - 300 ml permenit selama kira-kira 5 menit dan keluarkan udara dari tabung pembakaran.

Masukkan hati-hati 30 ml larutan standar natrium hidroksida 0.01 N ke dalam tabung absorpsi karbon dioksida dengan mengalirkan oksigen sedikit-sedikit, kemudian tambahkan 3-4 tetes indikator fenolftalin, selanjutnya pasang *inspection trap* dan *flow meter*. Tutup keran (l), dan keran tiga arah (k), lalu buka keran tiga arah ke arah buret (n) pada Gambar 1.

- 2) Gerakkan balok pemasukkan contoh dengan menggunakan magnet, dorong *boat* ke bagian tengah tabung pembakaran, kemudian segera kembalikan balok pemasukkan contoh ke posisi semula, setelah itu panaskan tabung pembakaran selama kira-kira 3 menit. Tempatkan *levelling bulb* pada posisi *bulb* dari buret, buka keran tiga arah (k) ke arah buret, selanjutnya bakar contoh dengan mengalirkan oksigen dengan mengatur keran (k) kemudian sempurnakan pembakaran sampai kira-kira jumlah gas mencapai setengah dari volume buret.

Turunkan *levelling bulb*, kumpulkan campuran gas karbon dioksida dan oksigen sampai dekat batas bawah dari buret lalu buka keran (q) ke arah udara luar.

- 3) Buka keran tiga arah (m) ke arah tabung absorpsi karbon dioksida, tempatkan *levelling bulb* pada posisi lebih tinggi dari buret, buka keran (l) dan alirkan gas ke tabung absorpsi karbon dioksida pada kecepatan alir 40 ml per menit dengan mengatur keran (l).

Biarkan proses absorpsi karbon dioksida berlangsung dengan menjaga jangan sampai terjadi kekeruhan pada larutan barium hidroksida di dalam *inspection trap*, selanjutnya buka keran (m) ke arah tungku dan tabung absorpsi karbon dioksida dan lepaskan *inspection trap*.

Buka keran (q) ke arah tungku, alirkan kembali oksigen lalu biarkan larutan hasil absorpsi untuk proses sirkulasi cairan hasil absorpsi secara cepat. Titrasi dengan larutan standar asam sulfat 0.01 N sambil menggoyang tabung absorpsi karbon dioksida.

Bila warna larutan pada bagian *bulb* berubah menjadi merah muda, hentikan titrasi, kemudian apabila warna larutan di dalam koil tabung berubah menjadi merah muda secara merata, tambahkan satu tetes cairan titrasi untuk mendapatkan titik akhir.

5.5 Uji blangko

Lakukan prosedur 5.4 dengan menggunakan *boat* tanpa contoh. Apabila digunakan katalis pembakaran, uji ini dilakukan dengan menambahkan katalis pembakaran ke dalam *boat* dengan berat yang sama seperti yang ditambahkan ke dalam contoh.

5.6 Penghitungan

Kadar karbon di dalam contoh logam dihitung dengan rumus berikut :

$$\text{Karbon (\%)} = \frac{(V_2 - V_1) \times F \times 0.000120}{w} \times 100$$

Keterangan : V_1 adalah jumlah larutan standar asam sulfat 0,01 N yang digunakan pada tes utama, (ml) dalam mililiter
 V_2 adalah jumlah larutan standar asam sulfat 0,01 N yang digunakan pada tes blangko, (ml) dalam mililiter
 F adalah faktor larutan standar asam sulfat 0,01 N
 w adalah berat contoh dalam gram

5.7 Pelaporan

Pelaporan hasil pengujian memuat hal-hal berikut :

- | | |
|-----------------|--------------------------|
| 1) Nomor contoh | 1) Jenis contoh |
| 2) Nama contoh | 2) Asal contoh |
| 3) Asal contoh | 3) Nomor dan kode contoh |
| 4) Nama teknisi | 4) Pengirim contoh |
| | 5) Tanggal penerimaan |
| | 6) Tanggal selesai |
| Catatan : | 7) Nama analis |
| | 8) Kadar |

(1) Apabila larutan di dalam tabung desulfurisasi menjadi koruh, maka larutan harus diganti dengan yang baru.

(3) Tes kedap udara dilakukan sebagai berikut :

- buka keran tiga arah (q) ke arah udara luar, keran tiga arah (m) ke arah tungku, dan keran tiga arah (k) ke arah buret

- tempatkan *levelling bulb* (o) pada posisi lebih rendah dari ~~pada~~ dasar buret (n). ←

- buka keran tiga arah (q) ke arah tungku secara bertahap, ←
kumpulkan oksigen sampai posisi 10-20 ml pada buret (n). ←

- buka kembali keran (q) ke arah udara luar, dan pastikan tidak ←
ada perubahan permukaan cairan pada buret (n), dengan ←
membiarkan beberapa saat.

Apabila permukaan cairan turun, maka sistem kedap udara
antara keran (q) dan buret (n) tidak sempurna. ←

✗ Standarisasi larutan asam sulfat C.I.N terhadap borax.



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id